

На правах рукописи

**Ахмадеев Альберт Азатович**

**МЕТОДЫ АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ И  
ОПТИЧЕСКОЙ СПЕКТРОСКОПИИ ДЛЯ КОНТРОЛЯ  
СИНТЕЗА ФОТОННЫХ КРИСТАЛЛОВ НА ОСНОВЕ  
КОЛЛОИДНЫХ ЧАСТИЦ**

Специальность 01.04.05 — Оптика

Автореферат

диссертации на соискание ученой степени  
кандидата физико-математических наук

Казань — 2016

**Работа выполнена** на кафедре оптики и нанофотоники ФГАОУ ВО "Казанский (Приволжский) федеральный университет"

- Научный руководитель:** доктор физико-математических наук,  
профессор Салахов Мякзюм Халимулович
- Официальные оппоненты:** Наумов Андрей Витальевич,  
доктор физико-математических наук,  
профессор, заместитель директора по науке  
Института спектроскопии РАН  
Чукланов Антон Петрович,  
кандидат физико-математических наук,  
научный сотрудник лаборатории физики  
и химии поверхности Казанского  
физико-технического института КазНЦ РАН  
им. Е.К. Завойского
- Ведущая организация:** Казанский национальный исследовательский  
технический университет имени  
А. Н. Туполева (КНИТУ-КАИ)

Защита состоится 15 декабря 2016 г. в 15 ч. 20 мин. на заседании диссертационного совета Д 212.081.07 при ФГАОУ ВО "Казанский (Приволжский) федеральный университет" по адресу: 420008 г. Казань, ул. Кремлевская, 16а, ауд. 210

С диссертацией можно ознакомиться в Научной библиотеке Казанского университета по адресу: г. Казань, ул. Кремлевская, 35.

Автореферат разослан \_\_\_\_ 2016 года.

Ученый секретарь  
диссертационного совета  
д.ф.-м.н.

Камалова Д.И.

## Общая характеристика работы

**Актуальность темы.** В последнее время исследование фотонных кристаллов (ФК) – пространственно-периодических структур, у которых диэлектрическая проницаемость промодулирована с периодом, сравнимым с длиной волны света [1], является одним из важных направлений в физике. Благодаря наличию фотонных запрещенных зон в спектре собственных электромагнитных состояний, ФК рассматривается как перспективный материал для создания высокоэффективных светоизлучающих элементов и низкопороговых лазеров, оптических переключателей и фильтров, "суперпризм" и волноводов нового типа, а в перспективе – для создания сверхбыстрых оптических компьютеров [2, 3].

Недавно было показано [4], что модификация взаимодействия электрона с собственным полем излучения в среде фотонного кристалла фактически эквивалентна изменению массы электрона, что открывает новые перспективы для практического применения ФК. В то же время, практическое использование фотонных кристаллов ограничивается отсутствием доступных и универсальных методов их синтеза. На данный момент предложено множество различных подходов к созданию фотонных кристаллов, основанных на использовании литографических методик, интерференционной голографии, самосборки коллоидных частиц и др. Каждая из существующих методик обладает своими преимуществами и недостатками. Среди существующих методов синтеза ФК самым простым и наиболее перспективным является метод самосборки близких по размеру коллоидных частиц [5]. Однако процесс синтеза является очень чувствительным к различным условиям, которые оказывают влияние на характеристики получаемых образцов и на качество структуры фотонных кристаллов. Таким образом, разработка новых методов контроля за характеристиками фотонных кристаллов или совершенствование уже существующих являются актуальными задачами.

С появлением таких методов, как растровая электронная микроскопия (РЭМ) [6], просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ) [7] и сканирующая зондовая микроскопия (СЗМ) [8] и, в частности, атомно-силовая микроскопия (АСМ) [9], стало возможным визуализировать поверхность наноструктурированных материалов и исследовать их свойства. Важной характеристикой при исследовании материалов, состоящих из микро- и наночастиц является размер этих частиц, поскольку он оказывает большое влияние на физические, электрические и оптические свойства материалов. Определение размеров частиц с помощью методов микроскопии является важной задачей, которая усложняется наличием большого числа частиц на получаемом

изображении. В связи с этим возникает необходимость в методах обработки изображений, алгоритмы которых позволяют распознать все частицы, определить их размеры и провести статистический анализ.

**Целью диссертационной работы** является развитие комплексного метода на основе атомно-силовой микроскопии и оптической спектроскопии для контроля характеристик коллоидных фотонных кристаллов.

Для достижения поставленной цели необходимо было решить следующие **задачи**:

1. Разработка метода определения размеров частиц по изображениям атомно-силовой микроскопии для исследования зависимостей размеров, среднеквадратичной дисперсии размеров и качества осаждения фотонных кристаллов от концентрации реагентов и продолжительности реакции, с целью получения фотонных кристаллов с заданным размером частиц и среднеквадратичной дисперсией методом вертикального осаждения;
2. Разработка комбинированного метода измерения характеристик фотонных кристаллов на основе спектроскопических методов и атомно-силовой микроскопии.

**Основные положения, выносимые на защиту:**

1. Использование данных о параметрах фотонных кристаллов (размеры частиц, период структуры, эффективный показатель преломления) позволяет целенаправленно синтезировать фотонные кристаллы с заданными характеристиками, подбирая концентрации нужных реагентов и время синтеза;
2. Предложенный метод определения размеров частиц по изображениям атомно-силовой микроскопии, основанный на эллипсоидной аппроксимации, позволяет получить дополнительную информацию о степени "вытянутости" и ориентации коллоидных частиц;
3. Разработанный метод, совмещающий спектральную фотометрию, атомно-силовую микроскопию и лазерную дифракцию для исследования характеристик фотонных кристаллов, позволяет уменьшить погрешность определения среднего размера частиц диоксида кремния на 25%.

**Научная новизна.** Показано, что совместное использование спектроскопических и микроскопических методов позволяет существенно повысить точность определения параметров фотонных кристаллов.

Предложен новый метод определения размеров частиц, форма которых близка к эллипсоидной по изображениям атомно-силовой микроскопии.

Предложенный метод позволяет получать дополнительную информацию о степени "вытянутости" и ориентации частиц при наличии уровня шума до 10% от максимального перепада высот на первоначальном изображении.

**Практическая значимость.** Выработаны рекомендации по выбору условий синтеза фотонных кристаллов, позволяющие получить образцы с необходимыми параметрами, что имеет важную роль для наблюдения новейших эффектов и для различных приложений.

Предложен метод автоматического распознавания частиц по изображениям атомно-силовой микроскопии, значительно расширяющий возможности АСМ для исследования новейших материалов, содержащих микро- и наночастицы.

Показаны преимущества совместного использования различных методов исследования характеристик фотонных кристаллов, позволяющего увеличить точность измерения.

**Достоверность** изложенных в работе результатов обеспечена использованием современного экспериментального оборудования и методик, сравнением экспериментальных данных, полученных разными методами, тщательно проведенными экспериментами и математическими расчетами, применением разработанного метода измерения размеров частиц к смоделированным изображениям, в результате чего параметры, заложенные в модели были воспроизведены с высокой точностью.

**Апробация работы.** Основные выводы и результаты работы докладывались на 4 всероссийских и 7 международных конференциях: Двенадцатая международная молодежная научная школа "Когерентная оптика и оптическая спектроскопия" (Казань, 2008); Шестая международная конференция молодых ученых и специалистов "Оптика-2009" (Санкт-Петербург, 2009); Тринадцатая международная молодежная научная школа "Когерентная оптика и оптическая спектроскопия" (Казань, 2009); Девятый международный симпозиум "Фотонное эхо и когерентная спектроскопия" (Казань, 2009); Четырнадцатая международная молодежная научная школа "Когерентная оптика и оптическая спектроскопия" (Казань, 2010); Научная конференция, посвященная 50-летию физического факультета Казанского университета (Казань, 2010); Шестнадцатая всероссийская молодежная научная школа "Когерентная оптика и оптическая спектроскопия" (Казань, 2012); Российская молодежная конференция по физике и астрономии "ФизикА.СПб" (Санкт-Петербург, 2012); Семнадцатая всероссийская молодежная научная школа "Когерентная оптика и оптическая спектроскопия" (Казань, 2013); Девят-

надцатая международная молодежная научная школа "Когерентная оптика и оптическая спектроскопия" (Казань, 2015); Двенадцатые международные чтения по квантовой оптике "IWQO-2015" (Москва, Троицк, 2015).

**Личный вклад.** Автором проведен синтез фотонных кристаллов на основе частиц диоксида кремния, выполнены экспериментальные исследования с использованием методов атомно-силовой микроскопии, спектрофотометрии и других методов, проведен сравнительный анализ экспериментальных и литературных данных, разработан новый метод распознавания частиц по изображениям атомно-силовой микроскопии и определения их размеров.

**Публикации.** Основные результаты диссертации опубликованы в 17 работах, 8 из которых изданы в журналах, рекомендованных ВАК, 9 в сборниках тезисов и трудов международных и всероссийских конференций. Список работ помещен в конце автореферата.

**Структура и объем работы.** Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения, списка авторских публикаций по теме диссертации и списка литературы. Объем диссертационной работы составляет 129 страниц, включая 92 рисунка и 8 таблиц.

## Краткое содержание работы

Во **введении** обосновывается актуальность исследований, проводимых в рамках данной диссертационной работы, формулируется цель, ставятся задачи работы, сформулированы научная новизна, практическая значимость представляемой работы и основные положения, выносимые на защиту.

**Первая глава** имеет обзорный характер по вопросам, рассматриваемым в диссертации. В **параграфе 1.1** дано определение ФК, фотонной запрещенной зоны, приведены возможные перспективные устройства на основе ФК. В **параграфе 1.2** дана классификация ФК. **Параграф 1.3** посвящен методам создания фотонных кристаллов. В **параграфе 1.4** приведено описание структуры ФК, получаемого методом самосборки коллоидных частиц [5, 10], а также описан темплатный метод получения фотонных кристаллов с инвертированной структурой [11]. **Параграф 1.5** посвящен синтезу частиц диоксида кремния ( $\text{SiO}_2$ ) со средним размером от 50 до 900 нм. В **параграфе 1.6** приведен обзор по изучению влияния концентрации реагентов на размер частиц  $\text{SiO}_2$ . В **параграфе 1.7** обосновывается актуальность исследования свойств микро- и наночастиц, приведен литературный обзор существующих методов измерения размеров, многие из которых основаны на выделении границ частиц на изображении [12–15]. **Параграф 1.8** посвящен

описанию основных принципов работы атомно-силового микроскопа и методам обработки получаемых изображений [8].

**Вторая глава** посвящена исследованию влияния различных условий синтеза, таких как очистка подложек, фильтрация раствора, концентрация реагентов, а также продолжительность реакции на характеристики фотонных кристаллов. В **параграфе 2.1** описано влияние методов очистки подложек и фильтрации суспензии частиц  $\text{SiO}_2$  от крупных конгломератов на качество получаемых образцов, а также влияние концентрации реагентов (вода, тетраэтоксисилан) и продолжительности реакции на размер частиц диоксида кремния, получаемых методом Штобера [16]. Так к довольно значительному изменению размеров коллоидных частиц может привести изменение концентрации воды (рис. 1). Кроме влияния концентрации воды было изучено влияние концентрации тетраэтоксисилана (ТЭОС) в реакционной смеси на размер частиц (рис. 2). Важным преимуществом варьирования объема ТЭОСа, как пишут авторы [17], является монотонный характер зависимости диаметра микросфер от количества ТЭОС (как функция кубического корня), что легко может быть использовано для быстрого прогнозирования размеров частиц, полученных при определенных соотношениях реагентов. Полученные экспериментальные зависимости размера частиц от концентрации реагентов согласуются с литературными данными.

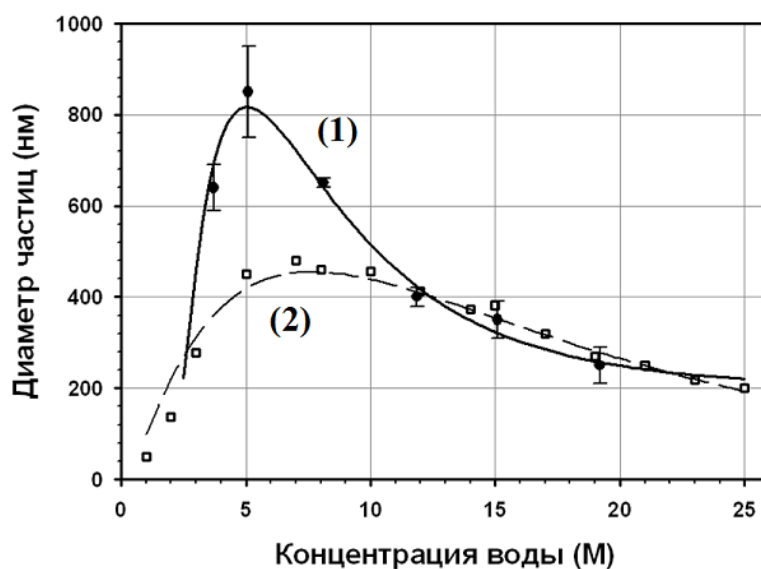


Рис. 1: Зависимости диаметра частиц  $\text{SiO}_2$  от концентрации воды: 1) по данным этой работы; 2) по литературным данным [18].

Далее важно было узнать, с какой скоростью происходит рост частиц в процессе реакции, или за какое время их размер достигает своего максимума. Для этого в процессе синтеза на протяжении 17 часов осуществлялся отбор

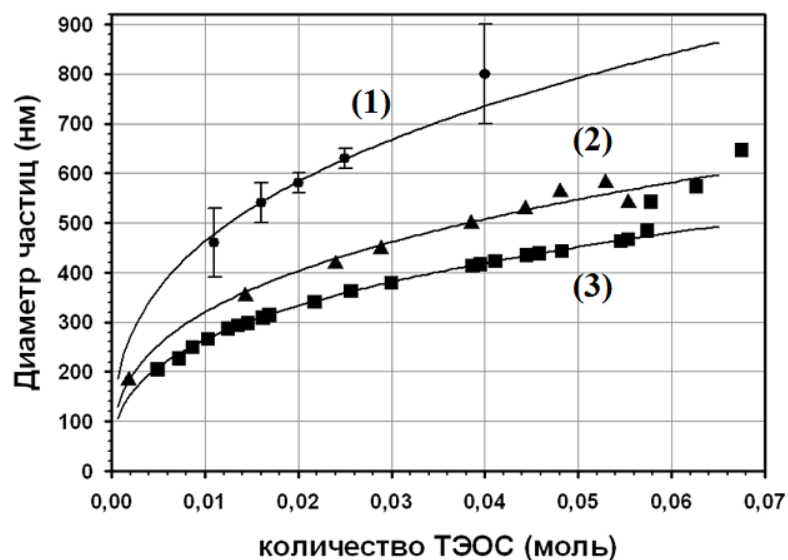


Рис. 2: Зависимости диаметра частиц от количества ТЭОС: 1) по данным этой работы, 2-3) по данным из литературы [17].

небольших порций суспензии и измерение размеров частиц через некоторые временные интервалы (рис. 3). Согласно полученной зависимости, заметный рост частиц происходит в течение 180 минут (3 часа), при этом средний диаметр растет от 300 нм до 800 нм. При продолжительности реакции более 180 минут диаметр микрочастиц практически перестает увеличиваться и остается постоянным (около 800 нм). Таким образом, рост микрочастиц диоксида кремния с диаметром около 800 нм может быть завершен в течение 3 часов. При последующем увеличении времени реакции возрастание размера частиц не наблюдается.

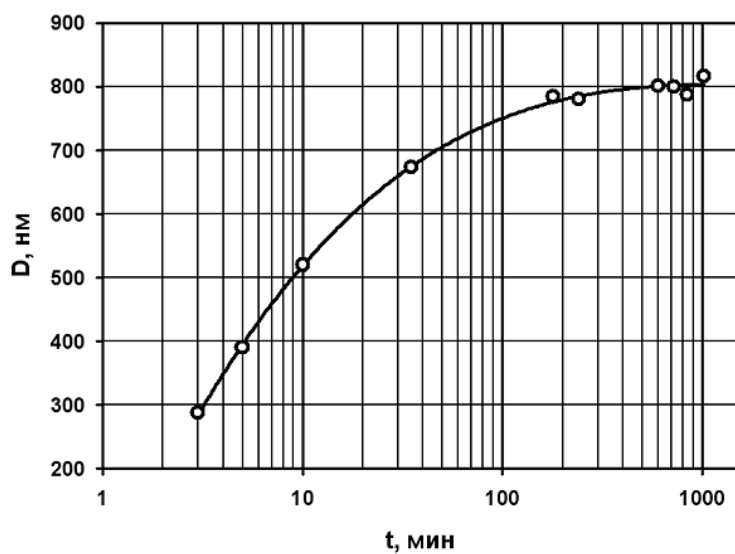


Рис. 3: Зависимость среднего диаметра микрочастиц от продолжительности реакции.



**Третья глава** посвящена разработке нового метода распознавания эллипсоидных частиц на АСМ-изображениях и определения их размеров. **Параграф 3.1** содержит описание метода, предложенного в настоящей работе. Предложенный метод состоит из следующих этапов:

1. Получение АСМ-изображения микро- и наночастиц;
2. Сегментация изображения методом, описанном ниже;
3. Аппроксимация точек каждого сегмента поверхностью второго порядка методом наименьших квадратов (МНК);
4. Преобразование поверхности второго порядка к каноническому виду.

Сегментация изображения необходима для выделения частиц из изображения, а также для отделения частиц друг от друга. Поскольку частицы имеют выпуклую поверхность, должны выполняться следующие условия:

$$\frac{\partial^2 z}{\partial x^2} < 0, \quad \frac{\partial^2 z}{\partial y^2} < 0. \quad (1)$$

Из-за того, что поверхность частиц на АСМ-изображении представлена в виде дискретного набора данных  $\{z_{i,j}\}$  (массив высот) вместо непрерывной функции, производные в соотношениях (1) заменяются на разности:

$$z_{i+1,j} - 2z_{i,j} + z_{i-1,j} < 0, \quad z_{i,j+1} - 2z_{i,j} + z_{i,j-1} < 0. \quad (2)$$

Все точки  $(i, j)$ , удовлетворяющие условиям (2) распределяются в группы, при этом, если две такие точки являются соседними, они включаются в одну и ту же группу. Каждая группа соответствует отдельной частице. Такой метод сегментации очень прост в исполнении и не имеет трудностей в разделении перекрывающихся частиц. В то же время такая сегментация очень чувствительна к высокочастотному шуму, который может появиться в АСМ. В связи с этим, сегментация может быть улучшена путем введения некоторого порога выпуклости  $T$  в соотношениях (2):

$$z_{i+1,j} - 2z_{i,j} + z_{i-1,j} < T, \quad z_{i,j+1} - 2z_{i,j} + z_{i,j-1} < T. \quad (3)$$

Условия (3) означают, что теперь будут учитываться такие точки, в которых поверхность незначительно вогнута.

После сегментации изображения, каждый сегмент может представлять видимую часть поверхности одной частицы. Предполагая что форма частиц близка к эллипсоиду, применяется аппроксимация сегментов эллипсоидами с помощью МНК. Точки в каждом сегменте аппроксимируются поверхностью

второго порядка (частными случаями которой являются эллипсоид и сфера), которая задается уравнением:

$$a_{11}x^2 + a_{22}y^2 + a_{33}z^2 + 2a_{12}xy + 2a_{13}xz + 2a_{23}yz + b_1x + b_2y + b_3z + c = 0. \quad (4)$$

Таким образом, каждому сегменту будет соответствовать поверхность второго порядка с найденными параметрами  $(a_{nm}, b_m)$ . Заключительным этапом является сведение уравнения поверхности второго порядка к каноническому виду, которое, в свою очередь, может быть сведено к уравнению эллипсоида путем выделения полных квадратов:

$$\frac{(x' - x'_0)^2}{a^2} + \frac{(y' - y'_0)^2}{b^2} + \frac{(z' - z'_0)^2}{c^2} = 1. \quad (5)$$

В дополнении ко всему, матрица перехода, полученная в результате сведения поверхности к каноническому виду, состоит из ортонормированных векторов  $\mathbf{e}_1, \mathbf{e}_2, \mathbf{e}_3$ , которые показывают ориентацию осей эллипсоида в пространстве. В результате всей процедуры аппроксимации могут быть определены следующие параметры:

1. длины полуосей  $a, b, c$ , которые характеризуют размер эллипсоида,
2. координаты центра эллипсоида  $x_0, y_0, z_0$ ,
3. ориентация эллипсоида в пространстве, которая описывается векторами  $\mathbf{e}_1, \mathbf{e}_2, \mathbf{e}_3$ .

Описанная выше процедура является довольно простой и не требует введения каких-либо начальных параметров, в отличие от приближенных численных методов оптимизации функции.

В **параграфе 3.2** описаны результаты применения рассмотренного метода к смоделированным изображениям, содержащим сферы и эллипсоиды с заданными параметрами (рис. 4). Параметры частиц, определенные данным методом, с высокой точностью совпадают с исходными параметрами. Далее была изучена эффективность распознавания частиц при обработке смоделированных изображений с высокочастотными шумами. Однако из-за наличия сильных искажений на изображении, попарное сравнение первоначальных параметров частиц с параметрами, полученными данным алгоритмом крайне затруднено. В связи с этим, в настоящей работе вводится оценочный параметр  $C$ , показывающий степень соответствия между исходными параметрами частиц и результатами распознавания. Так, в результате применения алгоритма к смоделированному изображению без шумов (рис. 4), степень соответствия  $C = 100\%$ .

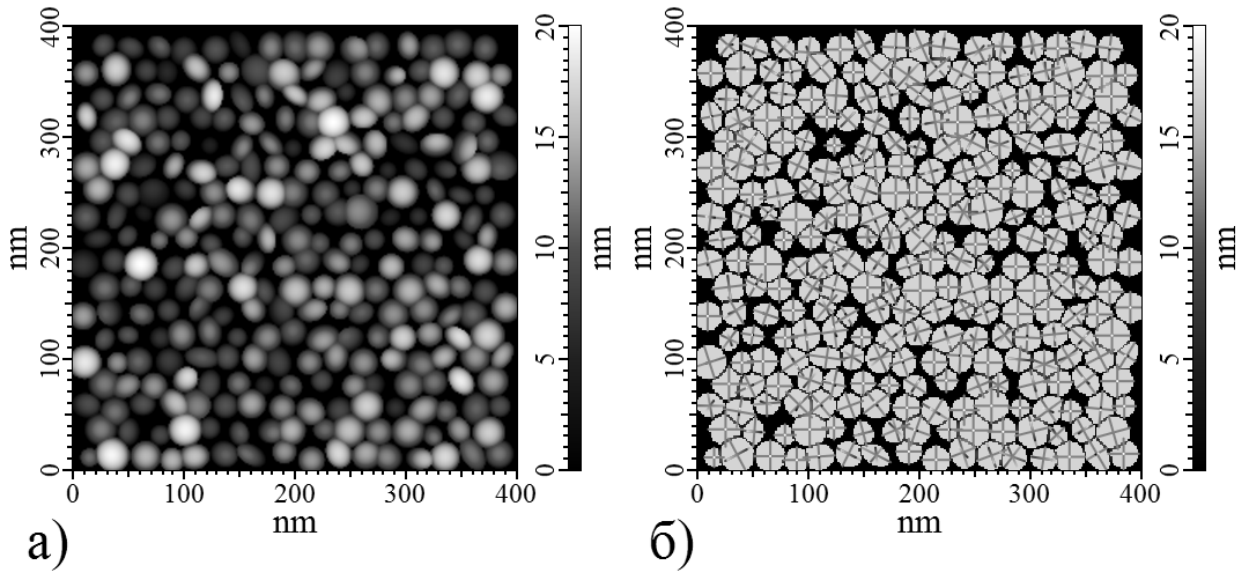


Рис. 4: а) Смоделированное изображение, содержащее эллипсоиды и сферы; б) Результат распознавания частиц. Отрезками показаны вычисленные длины осей.

Белый шум накладывался на смоделированные изображения с размерами  $1024 \times 1024$  точек, амплитуда шума варьировалась в пределах от 0% до 10% от максимального перепада высот на первоначальном изображении. Для удаления шума использовались такие методики, как медианная фильтрация, Гауссовое размытие и улучшенная сегментация в соответствии с выражениями (3). Было показано, что использование улучшенной сегментации позволяет поддерживать хорошую эффективность распознавания частиц на изображениях при достаточно высоком уровне шума.

В **параграфе 3.3** приведен результат применения предложенного алгоритма к экспериментальным АСМ-изображениям фотонного кристалла на основе частиц  $\text{SiO}_2$  (рис. 5). Были определены размеры и ориентации частиц диоксида кремния, построена гистограмма распределения эффективного радиуса этих частиц (рис. 6), где эффективный радиус является средним геометрическим от длин полуосей эллипсоида ( $R = \sqrt[3]{abc}$ ).

**Четвертая глава** посвящена оптическим методам исследования характеристик фотонных кристаллов. В **параграфе 4.1** описан спектроскопический метод, основанный на регистрации положения запрещенной зоны на спектрах пропускания и отражения, позволяющий определить период структуры ФК, эффективный показатель преломления и средний размер частиц  $\text{SiO}_2$  в фотонном кристалле. Спектральное положение запрещенной зоны для нормального падения света описывается законом Брэгга-Вульфа:

$$\lambda = \frac{2d_{(hkl)}}{k} n_{eff} \cos \Theta_{(hkl)}, \quad (6)$$

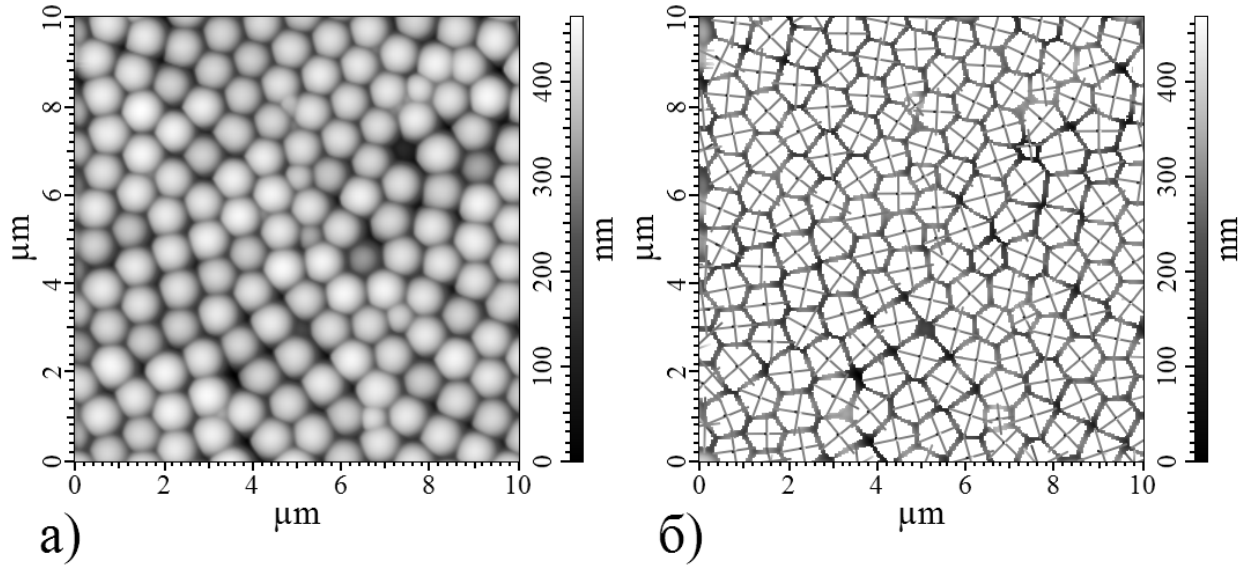


Рис. 5: а) АСМ-изображение частиц  $\text{SiO}_2$ ; б) Результат распознавания частиц.

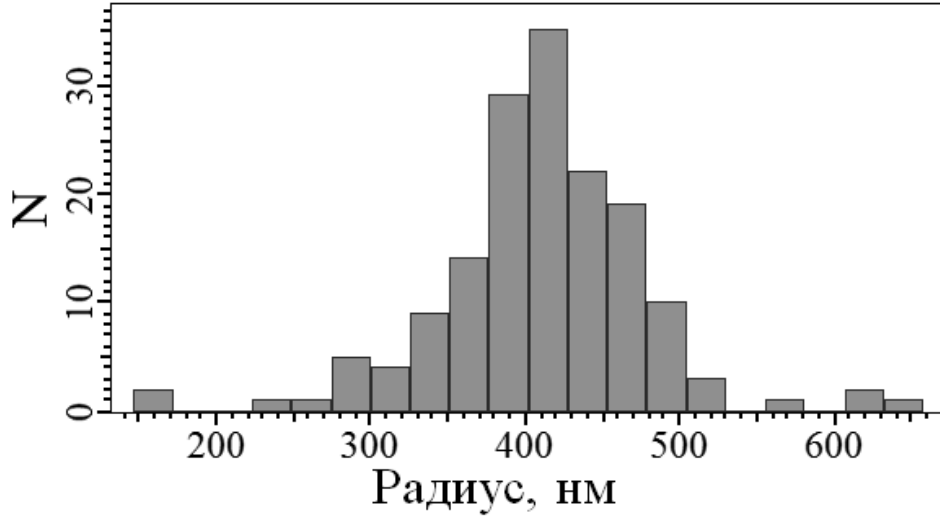


Рис. 6: Гистограмма распределения эффективного радиуса частиц  $\text{SiO}_2$ .

где  $d_{(hkl)}$  – расстояние между плоскостями семейства  $(hkl)$  (период),  $n_{eff}$  – эффективный показатель преломления и  $\Theta_{(hkl)}$  – угол между направлением распространения света внутри ФК и нормалью к  $(hkl)$  плоскостям. В случае наклонного падения света на поверхность образца формула для длины волны света, дифрагированного на плоскостях  $(111)$ , параллельных поверхности, с учетом закона Снеллиуса имеет вид:

$$\lambda = 2d_{(111)} \sqrt{n_{eff}^2 - \sin^2 \Theta}. \quad (7)$$

По спектрам пропускания и отражения (рис. 7), снятым при различных углах падения света на поверхность образцов были получены значения  $\lambda$ , соответствующие минимумам пропускания и максимумам отражения фо-

тонных кристаллов. Зависимость положения запрещенной зоны  $\lambda$  от угла падения света на поверхность в координатах  $\lambda^2 - \sin^2 \Theta$ , согласно уравнению (7) описывается линейной функцией (рис. 8). В результате линейной аппроксимации полученных зависимостей были определены эффективные показатели преломления  $n_{eff}$ , периоды структур  $d$  и средние расстояния между центрами соседних сферических частиц  $D$  (средний диаметр). В частности для двух образцов ФК по полученным зависимостям (рис. 8) были определены параметры: а)  $n_{eff} = 1.31 \pm 0.07$ ,  $d = 296 \pm 17$  нм,  $D = 363 \pm 21$  нм; б)  $n_{eff} = 1.35 \pm 0.09$ ,  $d = 343 \pm 23$  нм,  $D = 420 \pm 28$  нм. Найденные значения  $D$  хорошо согласуются со значениями расстояния между центрами соседних микрочастиц, измеренными по АСМ-изображениям фотонных кристаллов.

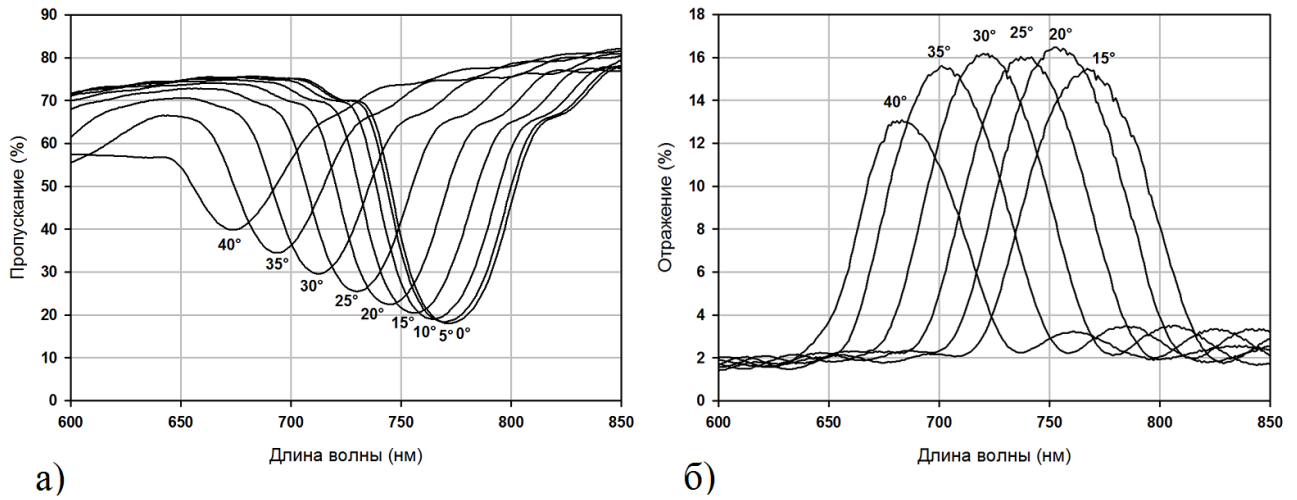


Рис. 7: Спектры пропускания (а) и отражения (б) двух образцов ФК, полученные при различных углах падения света на поверхность.

В параграфе 4.2 описан спектроскопический метод определения количества слоев плотноупакованных микросфер  $\text{SiO}_2$  для сравнительно тонких образцов ФК (толщина не более 8 мкм) по осцилляциям Фабри-Перо [19], возникающим на спектрах (рис. 9) в результате интерференции световых волн, отраженных от верхней и нижней поверхностей.

Комбинируя закон Брэгга и условия интерференции можно получить следующее выражение для количества слоев:

$$N_L = \frac{p\lambda_0\lambda_p}{\lambda_{Br}(\lambda_0 - \lambda_p)}, \quad (8)$$

где  $\lambda_0$ ,  $\lambda_p$  – длины волн, соответствующие разным полосам осцилляции,  $p$  – положительное число максимумов между этими полосами,  $\lambda_{Br}$  – длина волны брэгговской дифракции (положение запрещенной зоны). Количество слоев у различных образцов ФК, измеренное данным методом варьировалось от 8 до

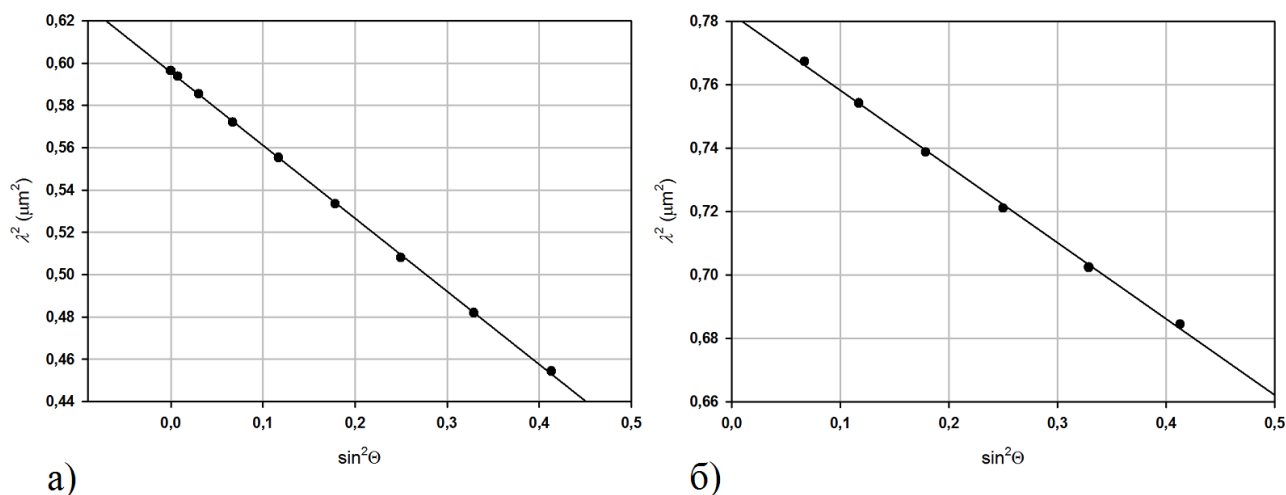


Рис. 8: Зависимости положения запрещенной зоны  $\lambda$  от угла падения  $\Theta$ , полученные по спектрам пропускания (а) и отражения (б).

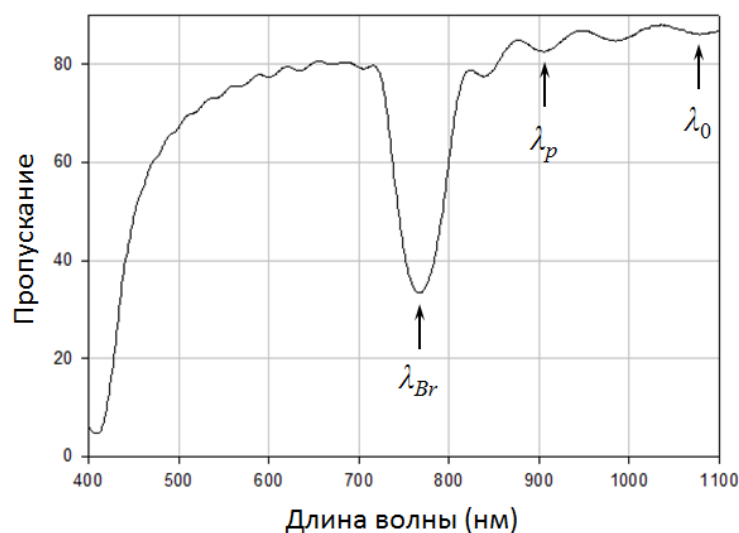


Рис. 9: Спектр пропускания образца ФК с осцилляциями Фабри-Перо.

15. При толщине образца более 8 мкм измерить количество слоев данным методом уже не удастся, так как осцилляции Фабри-Перо на спектрах не наблюдаются.

Еще один довольно простой и быстрый метод измерения параметров ФК, основанный на дифракции лазерного излучения на периодической структуре, описан в **параграфе 4.3**. Чередующиеся слои микрочастиц в фотонных кристаллах, полученных методами самосборки, можно рассматривать как отдельные двумерные дифракционные решетки с гексагональной симметрией. Такую структуру можно легко представить в виде совмещенных вместе трех простых одномерных дифракционных решеток, повернутых между собой на

угол  $120^\circ$  (рис. 10). При рассмотрении прохождения лазерного света через ФК, дифракционные максимумы будут располагаться вдоль трех линий, углы между которыми составляют  $120^\circ$ , максимум с нулевым порядком дифракции располагается на пересечении этих линий, а пятна на экране, соответствующие одному и тому же порядку дифракции, будут образовывать вершины правильного шестиугольника. В то же время интенсивность дифрагированного излучения вторых и более высших порядков, как правило, настолько мала, что практически не регистрируется.

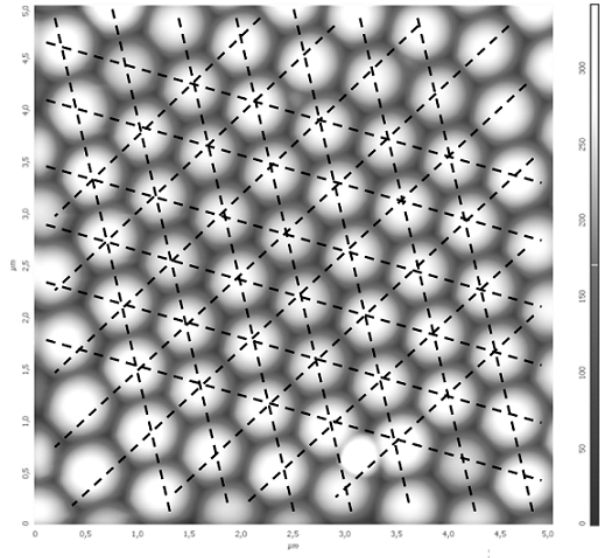


Рис. 10: Изображение поверхности ФК на основе  $\text{SiO}_2$  и схематическое отображение трех одномерных дифракционных решеток.

Положения дифракционных максимумов удовлетворяют соотношению:

$$d \sin \theta = k\lambda, \quad (9)$$

где  $d$  - период решетки,  $\theta$  - угол дифракции,  $k$  - порядок максимума,  $\lambda$  - длина волны излучения. При наличии в образце дефектов, таких как полидоменность, наблюдается искажение дифракционной картины. Каждый домен в образце обладает хорошей бездефектной структурой, однако домены могут быть между собой по-разному ориентированы. Всякий домен, попавший под лазерное излучение, дает свой вклад в дифракционную картину, в результате чего последняя может "размазываться" или иметь больше шести пятен максимума первого порядка.

Таким образом, сканируя лазерным лучом по поверхности фотонного кристалла, можно легко определить дефектные и бездефектные участки образца. Кроме того, по дифракционной картине можно легко и быстро определить средний размер микрочастиц фотонного кристалла, поскольку он связан

с периодом следующим образом:  $D = \frac{2}{\sqrt{3}}d$ . В данной работе с использованием зеленого лазера (длина волны 532 нм, мощность 10 мВт) исследовался фотонный кристалл на основе  $\text{SiO}_2$ , обладающий полидоменностью. По дифракционным максимумам с учетом соотношений был определен диаметр сфер, равный  $841 \pm 46$  нм, что подтверждается методами АСМ. Таким образом, рассмотренный метод является необычайно простым и доступным, позволяет быстро определить параметры ФК и его дефектность.

В параграфе 4.4 описан комбинированный метод измерения среднего размера частиц фотонного кристалла, объединяющий атомно-силовую микроскопию, оптическую спектрофотометрию и дифракционный метод. При комбинировании этих методов для большинства образцов удастся значительно повысить точность измерения среднего размера, как это продемонстрировано на рис. 11. При этом, погрешность измерения данного параметра уменьшилась в среднем на 25% по сравнению с погрешностями при измерении отдельными (АСМ, спектрофотометрия, дифракция) методиками.

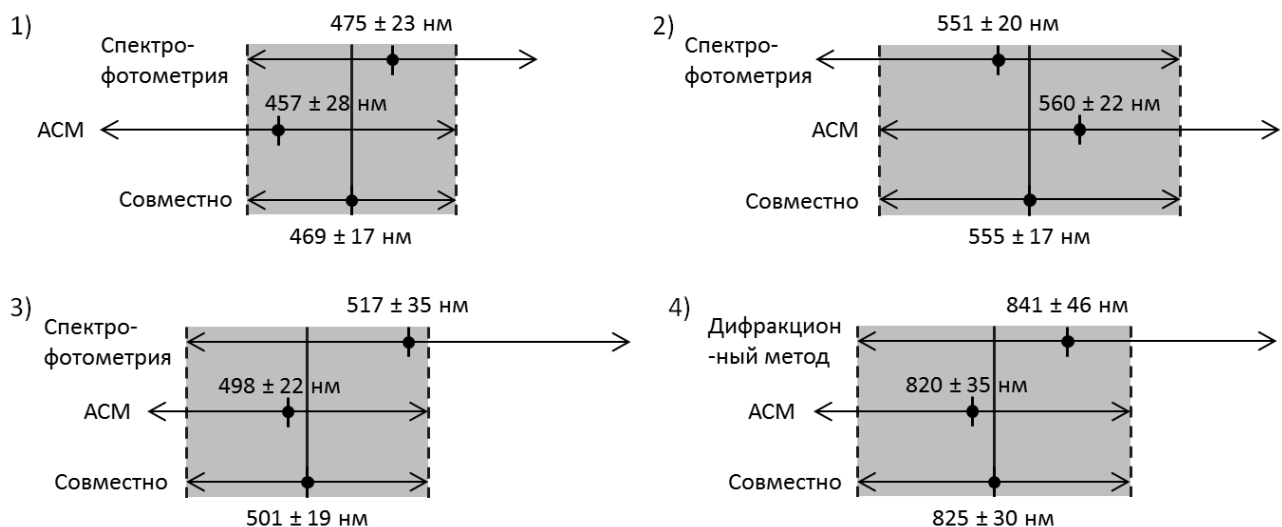


Рис. 11: Результаты измерения среднего диаметра частиц  $\text{SiO}_2$  при комбинировании разных методов для четырех образцов фотонного кристалла.

В **заключении** приведены основные результаты и выводы работы:

1. Исследовано влияние условий синтеза фотонных кристаллов на основе коллоидных частиц на их характеристики и оптические свойства. Полученные экспериментальные зависимости размера частиц от концентрации реагентов согласуются с литературными данными.
2. Разработан новый метод определения параметров частиц, форма которых близка к эллипсоидной, по изображениям атомно-силовой микроскопии.



3. Разработанный метод определения размеров частиц по изображениям атомно-силовой микроскопии позволяет получать дополнительную информацию о степени "вытянутости" и ориентации частиц при наличии уровня шума до 10% на изображении.
4. Разработан метод, комбинирующий спектральную фотометрию, атомно-силовую микроскопию, лазерную дифракцию для комплексного измерения характеристик синтезированных образцов фотонных кристаллов: диаметра микросфер, эффективного показателя преломления, среднего разброса по размерам, которые в пределах экспериментальных погрешностей согласуются между собой и с литературными данными.
5. Разработанный метод позволяет повысить точность определения среднего размера частиц диоксида кремния до 25%.

## **Публикации автора по теме диссертации**

- A1. Ахмадеев, А.А. Синтез и структура фотонных кристаллов на основе полистирольных микросфер / А.А. Ахмадеев, Д.К. Жарков, М.Х. Салахов, Е.В. Сарандаев, С.О. Сердюк // Ученые записки Казанского университета, сер. физико-математические науки. – 2009. – Т. 151, Кн. 1. – С. 17-23.
- A2. Ахмадеев, А.А. Исследование особенностей синтеза фотонных кристаллов на основе диоксида кремния / А.А. Ахмадеев, М.Х. Салахов, Е.В. Сарандаев, С.О. Сердюк // Ученые записки Казанского университета, сер. физико-математические науки. – 2010. – Т. 152, Кн. 3. – С. 38-42.
- A3. Akhmadeev, A.A. Synthesis optimization of photonic crystals based on silicon and vanadium dioxides / A.A. Akhmadeev, E.V. Sarandaev, M.Kh. Salakhov // Journal of Physics: Conference Series. – 2013. – V. 461. – P. 012022.
- A4. Akhmadeev, A.A. Methods of characterization of synthetic opal films / A.V. Koryukin, A.A. Akhmadeev, M.Kh. Salakhov // Journal of Physics: Conference Series. – 2013. – V. 478. – P. 012013.
- A5. Akhmadeev, A.A. Determination of the size of nanoparticles in photonic nanostructures from AFM images / A.A. Akhmadeev, M.Kh. Salakhov // Journal of Physics: Conference Series. – 2014. – V. 560. – P. 012005.
- A6. Akhmadeev, A.A. Energy shift experiment in photonic crystal medium / A.A. Akhmadeev, R.Kh. Gainutdinov, G. Hermann, M.A. Khamadeev, O.V.

Steryakov, M.Kh. Salakhov // Journal of Physics: Conference Series. – 2015. – V. 613. – P. 012005.

- A7. Akhmadeev, A.A. Investigations of properties of opal-like photonic crystals using combined methods / A.A. Akhmadeev, M.Kh. Salakhov // Journal of Physics: Conference Series. – 2016. – V. 714. – P. 012003.
- A8. Akhmadeev, A.A. A new approach of recognition of ellipsoidal micro- and nanoparticles on AFM images and determination of their sizes / A.A. Akhmadeev, M.Kh. Salakhov // Measurement Science and Technology. – 2016. – V. 27(10). – P. 105402.
- A9. Ахмадеев, А.А. Синтез фотонных кристаллов на основе полистирола и исследование их характеристик / А.А. Ахмадеев, С.О. Сердюк, Д.К. Жарков, Е.В. Сарандаев, М.Х. Салахов // Сборник трудов двенадцатой международной молодежной научной школы "Когерентная оптика и оптическая спектроскопия" (Казань). – 2008. – С. 142-147.
- A10. Ахмадеев, А.А. Синтез и исследование характеристик фотонных кристаллов на основе микрочастиц полистирола и диоксида кремния / А.А. Ахмадеев, Д.К. Жарков, М.Х. Салахов, Е.В. Сарандаев, С.О. Сердюк // Труды шестой международной конференции молодых ученых и специалистов "Оптика-2009" (Санкт-Петербург). – 2009. – С. 407-409.
- A11. Ахмадеев, А.А. Синтез и исследование характеристик фотонных кристаллов на основе SiO<sub>2</sub> и полистирола / А.А. Ахмадеев, А.В. Маркеева, С.О. Сердюк, Т.М. Хамзин, Е.В. Сарандаев // Сборник трудов тринадцатой международной молодежной научной школы "Когерентная оптика и оптическая спектроскопия" (Казань). – 2009. – С. 114-117.
- A12. Ахмадеев, А.А. Особенности синтеза фотонных кристаллов на основе диоксида кремния / А.А. Ахмадеев, А.В. Маркеева, М.Х. Салахов, Е.В. Сарандаев // Сборник трудов четырнадцатой международной молодежной научной школы "Когерентная оптика и оптическая спектроскопия" (Казань). – 2010. – С. 12-15.
- A13. Ахмадеев, А.А. Оптимизация синтеза фотонных кристаллов на основе диоксидов кремния и ванадия / А.А. Ахмадеев, Е.В. Сарандаев, М.Х. Салахов // Тезисы докладов Российской молодежной конференции по физике и астрономии "ФизикА.СПб" (Санкт-Петербург). – 2012. – С. 71-72.

- A14. Ахмадеев, А.А. Синтез и исследование характеристик фотонных кристаллов на основе опалов и инвертированных опалов / А.А. Ахмадеев, Е.В. Сарандаев, М.Х. Салахов // Сборник трудов шестнадцатой всероссийской молодежной научной школы "Когерентная оптика и оптическая спектроскопия" (Казань) – 2012. – С. 25-28.
- A15. Ахмадеев, А.А. Определение размеров микро- и наночастиц по изображениям сканирующей зондовой микроскопии / А.А. Ахмадеев, М.Х. Салахов // Сборник трудов семнадцатой всероссийской молодежной научной школы "Когерентная оптика и оптическая спектроскопия" (Казань) – 2013. – С. 96-99.
- A16. Ахмадеев, А.А. Синтез и определение характеристик опалоподобных фотонных кристаллов комбинированными методами / А.А. Ахмадеев, М.Х. Салахов // 12 Международные чтения по квантовой оптике (IWQO-2015), Москва - Троицк – 2015. – С. 78-79.
- A17. Akhmadeev, A.A. Synthesis and Characterization of Opal-Like Photonic Crystals Using Combined Methods / A.A. Akhmadeev, M.Kh. Salakhov // EPJ Web of Conferences, XII International Workshop on Quantum Optics (IWQO-2015). – 2015. – V. 103. – P. 04001.

## Список цитируемой литературы

- [1] Федотов, В.Г. Многоволновая брэгговская дифракция и интерференционные эффекты в 3D фотоннокристаллических пленках / В.Г. Федотов, А.В. Селькин // Наносистемы: физика, химия, математика. – 2011. – Т. 2(1). – С. 109-115.
- [2] Lodahl, P. Controlling the dynamics of spontaneous emission from quantum dots by photonic crystals / P. Lodahl, A.F. van Driel, I.S. Nikolaev, A. Irman, K. Overgaag, D. Vanmaekelbergh, W.L. Vos // Nature. – 2004. – V. 430. – P. 654–657.
- [3] Asakawa, K. Photonic crystal and quantum dot technologies for all-optical switch and logic device / K. Asakawa, Y. Sugimoto, Y. Watanabe, N. Ozaki, A. Mizutani, Y. Takata, Y. Kitagawa, H. Ishikawa, N. Ikeda, K. Awazu, X. Wang, A. Watanabe, S. Nakamura, S. Ohkouchi, K. Inoue, M. Kristensen, O. Sigmund, P.I. Borel, R. Baetys // New J. Phys. – 2006. – V. 8. – P. 208–244.

- [4] Gainutdinov, R.K. Electron rest mass and energy levels of atoms in the photonic crystal medium / R.K. Gainutdinov, M.A. Khamadeev, M.K. Salakhov // Physical Review A – Atomic, Molecular, and Optical Physics. – 2012. – V. 85(5). – P. 053836(1-7).
- [5] Vlasov, Y.A. On-chip natural assembly of silicon photonic bandgap crystals / Y.A. Vlasov, X.-Z. Bo, J.C. Sturm, D.J. Norris // Nature. – 2001. – V. 414. – P. 289-293.
- [6] Goldstein, J. 3rd edition / J. Goldstein, D.E. Newbury, D.C. Joy, C.E. Lyman, P. Echlin, E. Lifshin, L. Sawyer, J.R. Michael, Microscopy Scanning Electron, Microanalysis X-ray. – New York: Springer Science + Business Media, 2003. – 689 p.
- [7] Williams, D.B. Transmission Electron Microscopy - A Textbook for Materials Science / D.B. Williams, C.B. Carter. – New York: Plenum Press, 1996. – 750 p.
- [8] Миронов, В.Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии / В.Л. Миронов. – Нижний Новгород: Российская академия наук, институт физики микроструктур, 2004. – 110 с.
- [9] Binnig, G. Atomic force microscope / G. Binnig, C.F. Quate, C. Gerber // Physical Review Letters. – 1986. – V. 56(9). – P. 930-933.
- [10] Holgado, M. Electrophoretic deposition to control artificial opal growth / M. Holgado, F. Garcia-Santamaria, A. Blanco // Langmuir. – 1999. – V. 15. – P. 4701-4704.
- [11] Khokhlov, P.E. Inverse Photonic Crystals Based on Silica / P.E. Khokhlov, A.S. Sinitskii, Yu.D. Tretyakov // Dokl. Chem. – 2006. – V. 408. – P. 61-64.
- [12] Gonzalez, R. Digital image processing / R. Gonzalez, R. Woods. – Boston: Addison-Wesley, 1992. – 716 p.
- [13] Samusev, K.B. Structural Parameters of Synthetic Opals: Statistical Analysis of Electron Microscopy Images / K.B. Samusev, G.N. Yushin, M.V. Rybin, M.F. Limonov // Physics of the Solid State. – 2008. – V. 50, N. 7. – P. 1280-1286.
- [14] Zhu, Y.X. Automatic particle detection through efficient Hough transforms / Y.X. Zhu, B. Carragher, F. Mouche, C.S. Potter // IEEE Transactions on Medical Imaging. – 2003. – V. 22. – P. 1053-1062.

- [15] Grishin, I. Application of the hough transform for the automatic determination of soot aggregate morphology / I. Grishin, K. Thomson, F. Migliorini, J.J. Sloan // Applied Optics. – 2012. – V. 51(5). – P. 610-620.
- [16] Stober, W. Controlled growth of monodisperse silica spheres in the micron size range / W. Stober, A. Fink, E. Bohn // J. Colloid Interface Sci. – 1968. – V. 26. – P. 62-69.
- [17] Santamaria Razo, D.A. A version of Stober synthesis enabling the facile prediction of silica nanospheres size for the fabrication of opal photonic crystals / D.A. Santamaria Razo, L. Pallavidino, E. Garrone, F. Geobaldo, E. Descrovi, A. Chiodoni, F. Giorgis // J. Nanopart Res. – 2008. – V. 10. – P. 1225-1229.
- [18] Bogush, G.H. Preparation of monodisperse silica particles: Control of size and mass fraction / G.H. Bogush, M.A. Tracy, C.F.Zukoski IV // Journal of Non-Crystalline Solids. – 1988. – V. 104. – P. 95-106.
- [19] Wang, J. Self-assembling three-dimensional colloidal photonic crystal multilayers from aqueous ethanol mixture solutions / J. Wang, C.-W. Yuan, F.-Q. Tang // Chinese Physics. – 2005. – V. 14(8). – P. 1581-1584.